

16  
46-

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**



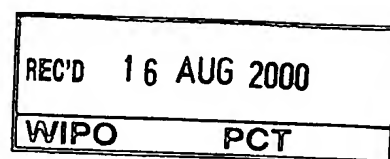
PCT/FR 00/01985

## BREVET D'INVENTION

10/n30959

FR00/1985

CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION



COPIE OFFICIELLE

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

Fait à Paris, le 11 JUIL 2000

Pour le Directeur général de l'Institut  
national de la propriété industrielle  
Le Chef du Département des brevets

DOCUMENT DE PRIORITÉ

PRÉSENTÉ OU TRANSMIS  
CONFORMÉMENT À LA  
RÈGLE 17.1.a) OU b)

Martine PLANCHE

INSTITUT  
NATIONAL DE  
LA PROPRIÉTÉ  
INDUSTRIELLE

SIÈGE  
26 bis, rue de Saint Petersburg  
75800 PARIS Cédex 08  
Téléphone : 01 53 04 53 04  
Télécopie : 01 42 93 59 30

THIS PAGE BLANK (USPTO)



REQUÊTE EN DÉLIVRANCE

26<sup>bis</sup>, rue de Saint Petersburg  
75800 Paris Cedex 08

Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 93 59 30

Confirmation d'un dépôt par télécopie

Cet imprimé est à remplir à l'encre noire en lettres capitales

Reservé à l'INPI

DATE DE REMISE DES PIÈCES 30 JUIL 1999

N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL 9909124

DÉPARTEMENT DE DÉPÔT 75 INPI PARIS

DATE DE DÉPÔT 09 JUL 1999

1 NOM ET ADRESSE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE  
À QUI LA CORRESPONDANCE DOIT ÊTRE ADRESSÉE

IXAS CONSEIL  
15 rue Emile Zola  
69002 LYON

TILLOY Anne-Marie

n° du pouvoir permanent références du correspondant téléphone  
BR1320/FR 0478377516

2 DEMANDE Nature du titre de propriété industrielle

☒ brevet d'invention

☐ demande divisionnaire

☐ demande initiale

☐ certificat d'utilité

☐ transformation d'une demande  
de brevet européen

☐ brevet d'invention

☐ certificat d'utilité n°

date

Établissement du rapport de recherche

☐ diffère

☒ immédiat

Le demandeur, personne physique, requiert le paiement échelonné de la redevance

☐ oui

☐ non

Titre de l'invention (200 caractères maximum)

Procédé et installation pour la fabrication d'une fibre optique.

3 DEMANDEUR (S) n° SIREN 3 9 5 4 0 4 9 7 3

code APE-NAF 3 2 1A

Nom et prénoms (souligner le nom patronymique) ou dénomination

OPTECTRON INDUSTRIES

Forme juridique

S.A.R.L.

Nationalité (s) Française

Adresse (s) complète (s)

Z.A. Courtaboeuf  
16 avenue de Scandinavie BP 223  
91942 LES ULIS CEDEX

Pays

FRANCE

En cas d'insuffisance de place, poursuivre sur papier libre

4 INVENTEUR (S) Les inventeurs sont les demandeurs

☐ oui

☒ non

Si la réponse est non, fournir une désignation séparée

5 RÉDUCTION DU TAUX DES REDEVANCES

☐ requise pour la 1ère fois

☐ requise antérieurement au dépôt ; joindre copie de la décision d'admission

6 DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE

pays d'origine

numéro

date de dépôt

nature de la demande

7 DIVISIONS

antérieures à la présente demande n°

date

n°

date

8 SIGNATURE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE  
(nom et qualité du signataire)

TILLOY Anne-Marie, Mandataire  
(422-5/PP.017)

SIGNATURE DU PRÉPOSÉ À LA RÉCEPTION SIGNATURE APRÈS ENREGISTREMENT DE LA DEMANDE À L'INPI

M. QUEZ

**Division Administrative des Brevets**

**DÉSIGNATION DE L'INVENTEUR**

(si le demandeur n'est pas l'inventeur ou l'unique inventeur)

N° d'enregistrement national

9909124

**Titre de l'invention :**

Procédé et installation pour la fabrication d'une fibre optique.

**Le (s) soussigné (s)**

~~TILLOY Anne-Marie~~  
IXAS CONSEIL

désigne (nt) en tant qu'inventeur (s) (indiquer nom, prénoms, adresse et souligner le nom patronymique) :

CHENET Pierre  
26 rue du 11 Novembre  
92160 ANTONY  
FRANCE

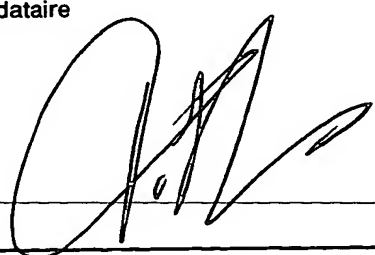
EROUT Marie-Noëlle  
34 rue d'Estienne d'Orves  
91370 VERRIERES LE BUISSON  
FRANCE

**NOTA :** A titre exceptionnel, le nom de l'inventeur peut être suivi de celui de la société à laquelle il appartient (société d'appartenance) lorsque celle-ci est différente de la société déposante ou titulaire.

Date et signature (s) du (des) demandeur (s) ou du mandataire

Le 9 juillet 1999

TILLOY Anne-Marie, Mandataire  
(422-5/PP.017)



# DOCUMENT COMPORTANT DES MODIFICATIONS

PAGE(S) DE LA DESCRIPTION OU DES REVENDEICATIONS OU PLANCHE(S) DE DESSIN			R.M.*	DATE DE LA CORRESPONDANCE	TAMPON DATEUR DU CORRECTEUR
Modifié (s)	Supprimée(s)	Ajoutée(s)			
p 2, 22				31.08.1999	DP 14 SEP. 1999

Un changement apporté à la rédaction des revendications d'origine, sauf si celui-ci découle des dispositions de l'article R.612-36 du code de la Propriété Intellectuelle, est signalé par la mention « R.M. » (revendications modifiées).

La présente invention concerne un procédé de fabrication d'une fibre optique en matières polymères à faibles pertes de transmission, cette fibre comprenant une âme et une  
5 gaine, l'âme étant formée d'un premier polymère à base de méthacrylate de méthyle et, éventuellement, d'un autre ester (méth)acrylique, la gaine étant formée d'un second polymère ayant un indice de réfraction inférieur à celui de l'âme.

10 La présente invention concerne également une installation pour la mise en œuvre de ce procédé.

L'un des problèmes auxquels sont confrontés les  
15 industriels qui fabriquent des fibres optiques en matières polymères est de réduire au minimum la quantité de défauts, d'impuretés et de poussières dans le polymère d'âme, parce qu'elles absorbent ou diffusent la lumière et, ainsi, augmentent l'atténuation de la lumière  
20 transmise dans la fibre optique.

Un procédé connu de fabrication d'une fibre optique en matières polymères consiste premièrement à préparer un  
25 barreau cylindrique plein formé d'un premier polymère à base de méthacrylate de méthyle, puis, deuxièmement, à fibrer, à l'état fondu, ce barreau cylindrique plein, par extrusion. Le second polymère servant à former la gaine de la fibre optique peut être appliqué par coextrusion ou revêtement à partir d'une solution.

30 Un tel procédé est notamment décrit dans le brevet français n° 2405806. L'une des difficultés d'un tel procédé réside dans l'obtention d'un cylindre plein du polymère de l'âme, qui est préparé par polymérisation  
35 radicalaire en masse du méthacrylate de méthyle purifié. Un contrôle total de la polymérisation, et notamment des échanges de chaleur, est indispensable pour éviter toute formation de bulles.



Un autre procédé connu de fabrication d'une fibre optique en matières polymères consiste en un procédé continu selon lequel les monomères pour former l'âme de la fibre, essentiellement du méthacrylate de méthyle, l'initiateur de polymérisation et l'agent de transfert de chaîne sont distillés et purifiés en condition obturée ou étanche. Ensuite, un récipient de polymérisation est chargé des matériaux ainsi distillés et la polymérisation radicalaire en masse est effectuée en chauffant sous pression réduite.

Le polymère résultant, dont la température n'est pas abaissée à la température de transition vitreuse ou moins, est continuellement amené à un dispositif de filage afin d'obtenir, par la suite, une fibre.

Un tel procédé est notamment décrit dans le brevet français n° 2493997.

Comme dans le procédé précédent, la polymérisation radicalaire en masse doit être totalement et précisément contrôlée. En effet, la température de régulation est ici particulièrement importante car la polymérisation radicalaire en masse du méthacrylate de méthyle est fortement exothermique et peut s'accélérer d'une manière dangereuse. Au niveau industriel, l'exothermie de la réaction de polymérisation génère des problèmes de sécurité, complexes à gérer.

Toutefois, malgré les inconvénients précités de la polymérisation radicalaire en masse du méthacrylate de méthyle, ce type de polymérisation est actuellement recommandé dans de nombreuses publications et préféré à la polymérisation en suspension aqueuse du méthacrylate de méthyle.

---

Ainsi, selon le brevet français n° 2493997, la préparation de l'âme de la fibre optique en polyméthacrylate de

méthyle par polymérisation en suspension nécessite une quantité importante d'eau, le polymère résultant étant alors facilement contaminé de matières étrangères optiques contenues dans cette eau. Par ailleurs, toujours selon ce  
5 brevet français, un autre inconvénient de ce type de polymérisation provient de la possibilité de la contamination du polyméthacrylate de méthyle par des matières étrangères optiques lors de l'étape de déshydratation du polymère. De plus, il est encore  
10 précisé, dans ce brevet français, qu'une étape de mise en forme de boulette ou de pré-mise en forme du polymère résultant est requise pour mettre en forme ou filer le polymère à l'état fondu. Or, il est alors à craindre que le polymère soit contaminé de matières étrangères optiques  
15 au cours de l'étape de mise en forme de boulette pour le polymère ou d'une étape d'alimentation d'un tel polymère en forme de boulette vers un dispositif de fabrication de fibres, ou que le polymère soit oxydé par l'air, parce que le dispositif de préparation du polymère est séparé du  
20 dispositif de fabrication des fibres dans la plupart des cas.

Selon les demandes de brevet japonais, publiées avant examen sous les numéros 58 88,701 et 58 88,702, une perte  
25 importante de transmission optique de 890 db/km (à une longueur d'onde de 646 nm) et de 1060 db/km (à une longueur d'onde de 577 nm) est constatée quand le polyméthacrylate de méthyle est préparé par polymérisation en suspension aqueuse.

30

Après des recherches importantes des présents inventeurs, il a été trouvé, de manière surprenante, qu'il est possible de fabriquer une fibre optique en matières polymères présentant de faibles pertes de transmission,  
35 cette fibre comprenant une âme et une gaine, l'âme étant formée d'un premier polymère obtenu par polymérisation en suspension aqueuse de méthacrylate de méthyle et,

éventuellement, d'un autre ester (méth)acrylique, la gaine étant formée d'un second polymère ayant un indice de réfraction inférieur à celui de l'âme.

5 Plus précisément, la présente invention a pour objet une procédé discontinu de fabrication d'une fibre optique en matières polymères, cette fibre comprenant une âme et une gaine, l'âme étant formée d'un premier polymère à base de méthacrylate de méthyle et, éventuellement, d'un ester  
10 (méth)acrylique différent du méthacrylate de méthyle, la gaine étant formée d'un second polymère ayant un indice de réfraction inférieur à celui de l'âme.

Le procédé selon l'invention est caractérisé en ce qu'il  
15 est mis en œuvre dans une installation en ligne, allant d'un dispositif de purification des matières premières jusqu'à un dispositif de filage, en passant par les différents dispositifs de l'installation en ligne et les différents moyens de transfert reliant les différents  
20 dispositifs de l'installation en ligne, cette installation étant prévue étanche à l'air extérieur, aux poussières, ainsi qu'à l'abri de la lumière, en particulier les rayonnements ultraviolets.

25 En outre, le procédé selon l'invention comprend les étapes suivantes :

(1) on prépare des billes du premier polymère par polymérisation en suspension de méthacrylate de méthyle purifié et, éventuellement, d'au moins un  
30 ester (méth)acrylique purifié autre que le méthacrylate de méthyle, dans de l'eau déminéralisée, filtrée et désoxygénée, la polymérisation étant conduite en présence d'au moins un agent initiateur de polymérisation radicalaire, d'au moins un agent de  
35 transfert de chaîne et d'au moins un agent de suspension, et en l'absence quasi totale d'inhibiteur de polymérisation et d'impuretés, telles que :

- (a) le biacétyl, en quantité réduite à au plus 1 ppm rapporté à la quantité totale de monomères introduits dans le réacteur de polymérisation ;
- 5 (b) des ions de métaux de transition susceptibles de donner de fortes absorptions de lumière dans le visible ;
- 10 (c) des poussières ou de particules, les différentes matières premières précitées, utiles à la polymérisation en suspension, ayant été filtrées avant polymérisation, avec un seuil de filtration égal à 0,1 micron ;

la polymérisation étant également conduite sous agitation, sous une atmosphère d'un gaz inerte et dépoussiéré ;

15

(2) à l'issue de l'étape (1), on sépare et on lave, à l'aide d'eau déminéralisée et dépoussiérée, et on sèche les billes dans une atmosphère d'un gaz dépoussiéré, de préférence inerte, et, sous cette

20 atmosphère, on stocke les billes séchées dans au moins un réservoir intermédiaire ;

(3) dans une atmosphère d'un gaz dépoussiéré, de préférence inerte, on transfère au moins une partie des billes obtenues à l'issue de l'étape (2), depuis

25 le ou les réservoirs intermédiaires, jusqu'à un dispositif de coextrusion et on coextrude l'âme de la fibre à partir desdites billes, ainsi que la gaine de la fibre à partir d'un polymère ayant un indice de réfraction inférieur à celui de l'âme ;

30 (4) on refroidit, de façon progressive et contrôlée, la fibre obtenue à la sortie du dispositif de coextrusion de manière à éviter la trempe du premier polymère constitutif de l'âme de la fibre, et on procède à l'étirement de la fibre afin d'obtenir une fibre de

35 diamètre total moyen pouvant varier de 250 à 2000 microns.

Une première caractéristique importante du procédé selon l'invention réside dans son caractère discontinu grâce à la présence d'au moins un réservoir intermédiaire prévu pour les billes du premier polymère à base de méthacrylate de méthyle et, éventuellement, d'un ester (méth)acrylique différent du méthacrylate de méthyle.

Ce ou ces réservoirs intermédiaires, qui sont prévus en amont du dispositif de coextrusion, assurent le stockage des billes séchées du premier polymère et constituent l'une des alimentations du dispositif de coextrusion.

La présence du ou des réservoirs intermédiaires permet de limiter la dépendance de l'étape de coextrusion d'avec les étapes de préparation des billes séchées du premier polymère et, par conséquent, de simplifier le procédé selon l'invention.

Une seconde caractéristique importante du procédé selon l'invention réside dans le fait qu'il est mis en œuvre dans une installation en ligne, allant d'un dispositif de purification des matières premières jusqu'à un dispositif de filage, en passant par tous les différents dispositifs de cette installation et tous les différents moyens de transfert reliant ces différents dispositifs, et dans le fait que l'intégralité de cette installation en ligne est prévue étanche à l'air extérieur, aux poussières et à l'abri de la lumière, en particulier les rayonnements ultraviolets. Dès lors, le (ou les) réservoir intermédiaire évoqué ci-dessus, qui appartient à l'installation en ligne conforme à la présente invention, est également prévu étanche à l'air extérieur, aux poussières et à l'abri de la lumière, de sorte que le stockage des billes séchées du premier polymère s'effectue dans des conditions étanches vis-à-vis de l'extérieur.

Grâce à l'installation selon l'invention, il est possible d'empêcher la contamination du premier polymère au moyen de poussières et d'impuretés provenant de l'environnement  
5 extérieur à l'installation.

Egalement, afin de fabriquer une fibre optique à faibles pertes de transmission, le méthacrylate de méthyle et l'éventuel autre ester (méth)acrylique servant à préparer  
10 le premier polymère sont purifiés et distillés afin d'éliminer quasi totalement l'inhibiteur de polymérisation et des impuretés telles que celles citées dans l'étape (1) du procédé selon l'invention.

15 En particulier, les ions des métaux de transition, spécialement ceux du cobalt, du chrome, du cuivre, du nickel, du fer et du manganèse donnent de fortes absorption dans la lumière visible. C'est pourquoi, il est préférable de réduire la quantité de chacun de ces ions à  
20 au plus :

- 1 ppb pour le cobalt,
- 50 ppb pour le fer,
- 50 ppb pour le manganèse,
- 25 - 5 ppb pour le chrome,
- 10 ppb pour le cuivre,
- 10 ppb pour le nickel,

les quantités précitées, exprimées en ppb (ou parties par  
30 billion), étant rapportées à la quantité totale des monomères introduits dans le réacteur de polymérisation.

Avantageusement, on purifie le méthacrylate de méthyle et le ou les autres esters méthacryliques, servant à préparer  
35 les billes du premier polymère par polymérisation en suspension aqueuse, en les soumettant séparément à :

---

- une opération de filtration sur lit d'alumine basique et activée, de préférence sous une atmosphère d'un gaz inerte et dépoussiéré, pour éliminer au moins partiellement les composés à hydrogène labile, les composés fortement polaires tels que le biacétyle, ainsi que l'inhibiteur de polymérisation ;
- suivie d'au moins deux opérations successives de distillation sous vide partiel et sous une atmosphère d'un gaz inerte et dépoussiéré de sorte qu'à l'issue de ces opérations de distillation, soit éliminée la quasi totalité de l'inhibiteur de polymérisation, du biacétyle et des ions de métaux de transition ; le gaz inerte utilisé lors des distillations est généralement de l'azote et la pression partielle est généralement comprise entre 5000 et 50000 Pascal, de préférence de l'ordre de 10000 Pascal ;
- et, enfin, une opération de filtration sous une atmosphère d'un gaz inerte et dépoussiéré, permettant d'éliminer la quasi totalité des particules ou poussières de diamètre moyen supérieur ou égal à 0,1  $\mu\text{m}$ .

Ensuite, le méthacrylate de méthyle purifié et, le cas échéant, le ou les autres esters (méth)acryliques purifiés sont acheminés directement vers le réacteur de polymérisation, par l'intermédiaire de moyens hermétiquement fermés, c'est-à-dire étanches à l'air extérieur et aux poussières, ainsi que à l'abri de la lumière, plus particulièrement des rayonnements ultraviolets, tout en les maintenant dans une atmosphère d'un gaz inerte et dépoussiéré. A titre de gaz inerte, on utilise de préférence de l'azote. En outre, le gaz inerte est dépoussiéré, c'est-à-dire qu'il a été filtré pour en éliminer les poussières de diamètre moyen supérieur ou égal à 0,1  $\mu\text{m}$ . Cette définition d'un gaz dépoussiéré est

valable pour l'ensemble de la description de la présente invention.

Une troisième caractéristique importante du procédé selon  
5 l'invention réside dans le fait que l'on utilise une  
polymérisation en suspension aqueuse pour préparer les  
billes du premier polymère servant à préparer l'âme de la  
fibre optique. Pour ce faire, on utilise de l'eau qui est  
à la fois déminéralisée, filtrée et désoxygénée, afin  
10 d'atteindre les degrés de pureté (a), (b) et (c)  
mentionnés dans la revendication 1.

De façon surprenante, on a trouvé qu'il est possible de  
fabriquer une fibre optique ayant d'excellentes  
15 caractéristiques de transmission optique si l'on respecte  
l'ensemble des conditions opératoires énoncées dans la  
revendication 1 et rappelées ci-dessus.

De préférence, on purifie également au moins l'un des  
20 agents utiles à la réalisation de la réaction de  
polymérisation en suspension aqueuse, de préférence encore  
tous les agents utilisés, comme suit :

- on purifie l'agent initiateur de polymérisation soit  
25 par distillation, soit par recristallisation, en  
opérant sous atmosphère d'un gaz inerte et  
dépoussiéré, et on transfère l'agent initiateur de  
polymérisation purifié dans le réacteur de  
polymérisation par l'intermédiaire de moyens étanches  
30 à l'air extérieur et aux poussières, tout en  
maintenant cet agent dans une atmosphère d'un gaz  
inerte et dépoussiéré ;

- on purifie l'agent de transfert de chaîne par  
35 distillation, en opérant sous atmosphère d'un gaz  
inerte et dépoussiéré, et on transfère l'agent de  
transfert de chaîne distillé dans le réacteur de  
polymérisation par l'intermédiaire de moyens étanches



à l'air extérieur et aux poussières, tout en maintenant cet agent dans une atmosphère d'un gaz inerte et dépoussiéré ;

- 5 - on purifie l'agent de suspension par recristallisation, en opérant sous atmosphère d'un gaz inerte et dépoussiéré, et on transfère l'agent de suspension recristallisé dans le réacteur de polymérisation par l'intermédiaire de moyens étanches  
10 à l'air extérieur et aux poussières, tout en maintenant cet agent dans une atmosphère d'un gaz inerte et dépoussiéré.

Dans la présente invention, le premier polymère servant à  
15 former l'âme de la fibre optique est à base essentiellement de méthacrylate de méthyle et contient, de préférence, au moins 70 moles % de méthacrylate de méthyle, de préférence encore, au moins 90 moles % de méthacrylate de méthyle, ces pourcentages étant rapportés  
20 au nombre total de moles de monomères vinyliques servant à préparer le premier polymère.

A titre d'ester (méth)acrylique autre que le méthacrylate de méthyle, on peut utiliser, pour préparer le premier  
25 polymère, un ou plusieurs monomères choisis dans le groupe constitué par l'acrylate d'éthyle, le méthacrylate d'éthyle, l'acrylate de méthyle, l'acrylate de propyle, le méthacrylate de propyle, l'acrylate de butyle et le méthacrylate de butyle.

30

La réalisation de la réaction de polymérisation en suspension aqueuse nécessite l'utilisation d'au moins un agent initiateur de polymérisation, d'au moins un agent de transfert de chaîne et d'au moins un agent de suspension,  
35 ces agents étant, de préférence, préalablement purifiés.

A titre d'agent initiateur de polymérisation, il est souhaitable d'utiliser un agent favorisant l'obtention d'une fibre optique ayant de faibles pertes de transmission dans la région de la lumière visible et ayant des températures de décomposition inférieures à 110° C. A cet égard, on peut citer les agents initiateurs de polymérisation de type azoïque comme le 2,2'azobisisobutyronitrile, connu pour son haut degré de pureté, son influence relativement faible dans la région du visible et sa température optimale d'utilisation entre 50 et 80° C.

Les agents initiateurs de polymérisation précités peuvent être combinés avec d'autres ayant des températures de décomposition supérieures à 110° C. A cet égard, on peut citer des composés de type alkylazo comme l'azo-tert-butane, l'azo-n-butane, l'azo-iso-propane et l'azo-n-propane.

A titre d'agent de transfert de chaîne convenant au procédé selon l'invention, on peut citer des composés de la famille des mercaptans linéaires comme le n-butyl mercaptan, le n-propyl mercaptan, le n-dodécyl mercaptan ; des composés de la famille des mercaptans secondaires comme l'isopropylmercaptan ou des composés de la famille des mercaptans tertiaires comme le tertiobutyl mercaptan.

A titre d'agents de suspension convenant au procédé selon l'invention, on peut citer les alcools polyvinyliques, avec un taux d'hydrolyse au moins égal à 75 %, de préférence 85-90 % ; les éthers de cellulose tels que l'hydroxyéthylcellulose ; le phosphate de calcium tribasique ; les homopolymères de l'acide acrylique ou méthacrylique ou les copolymères d'au moins 50 % en poids de ces acides avec des comonomères copolymérisables avec eux, notamment le méthacrylate de méthyle, ces homo- ou co-polymères étant utilisés de façon préférée sous la

forme de sels de métaux alcalins ou de sels d'ammonium, ou bien sous leur forme neutralisée avec le phosphate disodique. Parmi les agents de suspension précités, on utilise de préférence les homo- et co-polymères salifiés  
5 en raison de leur caractère hydrophile qui facilite leur élimination lors du lavage des billes du premier polymère.

Conformément à une variante préférée du procédé selon l'invention, les différentes matières premières utiles à  
10 la préparation du premier polymère, à savoir l'eau déminéralisée et dépoussiérée, les monomères purifiés et les agents de suspension, de transfert de chaîne et d'initiation de la polymérisation, sont introduits séparément dans des récipients hermétiquement fermés et  
15 balayés par un gaz inerte. Ces récipients sont directement reliés au réacteur de polymérisation avec, comme intermédiaire, un doseur pour chaque récipient. En outre, l'introduction des matières dans le réacteur de polymérisation est, de préférence, conduite selon les  
20 étapes suivantes :

- premièrement, on introduit, dans le réacteur, une quantité déterminée d'eau déminéralisée et dépoussiérée provenant directement d'un système de  
25 production d'eau ultra-pure, puis on introduit l'agent de suspension en solution dans l'eau, filtré à un seuil de 0,1  $\mu\text{m}$  dans l'ampoule de dosage, avantageusement par l'intermédiaire d'un septum, l'agent de suspension étant avantageusement introduit  
30 en imposant une pression légèrement inférieure à la pression atmosphérique dans le réacteur. On chauffe cette eau à la température de polymérisation et, simultanément, on y fait buller un gaz inerte, de préférence de l'azote, afin d'éliminer l'oxygène  
35 dissout dans l'eau. Cette étape est généralement assez longue et peut durer plusieurs heures ;

- ensuite, toute la phase organique comprenant les monomères purifiés, l'agent de transfert de chaîne, le ou les initiateurs de polymérisation, sont introduits dans le réacteur, via un filtre de porosité 0,1  $\mu\text{m}$ ,  
5 par exemple en poussant avec de l'azote dépoussiéré ; toute la phase organique, y compris l'initiateur de polymérisation, est ajoutée, de préférence en une seule fois ;
- on impose, au milieu réactionnel, une agitation plutôt  
10 turbulente.

La réaction de polymérisation en suspension est avantageusement conduite sous une pression sensiblement égale à la pression atmosphérique ou légèrement  
15 supérieure. La température, dans le réacteur de polymérisation, peut varier de 50° C à 110° C.

La réaction de polymérisation est conduite de sorte que le taux de monomères résiduels soit le plus faible possible,  
20 de préférence inférieur à 2 % en mole du total des monomères utiles à la mise en œuvre de cette polymérisation.

Avantageusement, la polymérisation en suspension est  
25 conduite afin de préparer un premier polymère, sous la forme de billes, dont la masse moléculaire en poids ( $M_w$ ) varie de 100.000 à 200.000 avec une polydispersité (P) de l'ordre de 2.

30 A l'issue de la réaction de polymérisation, on sépare et on lave, à l'aide d'eau déminéralisée et dépoussiérée, les billes du premier polymère obtenues et on sèche les billes dans une atmosphère d'un gaz dépoussiéré (c'est-à-dire exempt de poussières ou de particules de diamètre égal ou  
35 supérieur à 0,1  $\mu\text{m}$ ) et, sous cette atmosphère, on stocke les billes séchées dans au moins un réservoir intermédiaire.

Le (ou les) réservoir intermédiaire peut également être l'enceinte thermostatée servant à sécher les billes du premier polymère.

5

Avantageusement, on effectue un tri parmi les billes obtenues à l'issue de la réaction de polymérisation du premier polymère, afin d'éliminer celles dont le diamètre moyen est inférieur à 200  $\mu\text{m}$ . De préférence encore, pour  
10 préparer l'âme de la fibre optique, on n'utilise que les billes du premier polymère dont le diamètre moyen varie de 500  $\mu\text{m}$  à 2 mm.

Avantageusement, on soumet les billes du premier polymère  
15 à un traitement anti-électricité statique, avant et/ou pendant l'opération de séchage des billes.

Comme indiqué précédemment, les différents dispositifs pour la séparation, le lavage, l'éventuel tri, le séchage,  
20 l'éventuel traitement anti-électricité statique et le stockage des billes du premier polymère, ainsi que les moyens de transfert entre ces dispositifs sont prévus étanches à l'air extérieur, poussières et à l'abri de la lumière, en particulier aux rayonnements ultraviolets.

25

De préférence, les opérations de séparation, de lavage, de tri, de séchage, de traitement anti-statique, de stockage et de transfert des billes du premier polymère servant à préparer l'âme de la fibre optique, sont réalisées sous  
30 une atmosphère d'un gaz qui est dépoussiéré et inerte, par exemple de l'azote.

Selon une autre préférence, dans les différents dispositifs pour la séparation, le lavage, l'éventuel tri,  
35 le séchage, l'éventuel traitement anti-électricité statique et le stockage des billes du premier polymère,  

---

ainsi que les moyens de transfert entre ces dispositifs de

coextrusion, il est avantageux de travailler en légère surpression par rapport à la pression atmosphérique, ceci afin d'éviter que des poussières puissent rentrer dans l'installation.

5

Les billes séchées du premier polymère sont ensuite transférées depuis le réservoir intermédiaire jusqu'à un dispositif de coextrusion par l'intermédiaire de moyens étanches et sous une atmosphère d'un gaz dépoussiéré, de  
10 préférence inerte. On coextrude l'âme de la fibre à partir desdites billes, ainsi que la gaine de la fibre à partir d'un polymère ayant un indice de réfraction inférieur à celui de l'âme et, de préférence, sous la forme de billes.

15 Conformément au procédé selon l'invention, le transfert entre le réservoir intermédiaire et le dispositif de coextrusion s'effectue sans contact avec l'extérieur, les moyens de transfert étant prévus étanches à l'air extérieur, aux poussières et à l'abri de la lumière, plus  
20 spécialement des rayonnements ultraviolets.

La composition de la gaine utilisée dans la présente invention est un polymère ayant un indice de réfraction inférieur à celui du cœur. Les polymères utilisables comme  
25 gaine sont nombreux. On peut citer notamment des polymères ou copolymères d'esters fluorés d'acide méthacrylique, comme par exemple le poly(trifluoroéthylméthacrylate), le poly(pentafluoropropylméthacrylate), le poly(hexafluoropropylméthacrylate), le poly(heptafluorobutyl-  
30 méthacrylate) ; des copolymères de fluorure de vinylidène (VDF) avec le tétrafluoroéthylène (VDF-TFE) ou l'hexafluoropropène (VDF-HFP) ; des copolymères (VDF-HFP) ou (VDF-TFE) avec des esters fluorés de l'acide (méth)acrylique.

35

---

De préférence, pour former la gaine, on choisit des polymères qui sont sensiblement amorphes.

Les billes séchées du premier polymère et le polymère de la gaine, de préférence sous la forme de billes, sont fondus et filés à chaud par passage au travers d'un dispositif de coextrusion comprenant au moins une  
5 extrudeuse à vis munie d'une chambre de dégazage pour former l'âme de la fibre et une extrudeuse à vis servant à former la gaine de la fibre, et un dispositif de filage de composite du type âme-dans-gaine.

10 De préférence, l'extrusion du premier polymère servant à préparer l'âme de la fibre optique est effectuée à une température n'excédant pas 280° C.

A la sortie du dispositif de coextrusion, au niveau de la  
15 filière, la température est généralement de l'ordre de 220-250° C.

Pour l'asservissement global de la ligne de coextrusion, et afin d'assurer la régularité du diamètre final de la  
20 fibre, on procédera, de préférence, de la manière qui suit :

- un premier asservissement tenant compte des températures des différents corps de l'extrudeuse, des  
25 pressions, des vitesses de rotation des vis, permettant d'assurer un débit de matière constant à la sortie de la tête de filière ;

- un deuxième asservissement permettant d'assurer la  
30 régularité du diamètre final de la fibre : asservissement de la vitesse de tirage par la mesure du diamètre en continu dans une zone où la fibre a atteint une température d'environ 80° C ;

35 Cette manière d'opérer permet de s'affranchir de la zone critique où le matériau est dans une phase élastique, qui peut induire une zone de pompage avec de fortes oscillations, et donc des variations de diamètres très importantes.

La fibre optique sortant du dispositif de coextrusion est refroidie progressivement, en évitant une chute brutale de la température de la fibre optique qui pourrait dégrader ses propriétés mécaniques et optiques par effet de trempe.

Afin de refroidir progressivement la fibre optique sortant du dispositif de filage, on procède de préférence selon l'une ou l'autre des deux méthodes qui suivent :

10

Première méthode : on refroidit la fibre optique à l'aide d'un courant gazeux, puis à l'aide d'eau thermorégulée, par aspersion, pulvérisation et/ou immersion. Le refroidissement à l'aide d'un courant gazeux est, de préférence, réalisé à l'intérieur d'une colonne protectrice entourant la fibre afin d'éviter des perturbations au niveau de la fibre, risquant de modifier sa géométrie, en particulier son diamètre. De préférence encore, la colonne protectrice est composée de plusieurs blocs successifs avec canalisation pour la fibre optique, chacun de ces blocs étant chauffés à une température qui décroît quand on s'éloigne du dispositif de filage : ceci permet d'assurer un refroidissement progressif, lent et contrôlé, de la fibre optique jusqu'à obtention d'une température suffisamment basse pour procéder au refroidissement à l'eau sans risque de trempe.

Deuxième méthode : on refroidit la fibre à l'aide d'eau thermorégulée, de sorte à ne pas provoquer de chute brutale de la température de la fibre, par aspersion, pulvérisation et/ou immersion.

Parallèlement au refroidissement progressif de la fibre optique, on procède à son étirage en évitant un taux d'étirage trop élevé, qui pourrait conduire à une orientation des chaînes macro-moléculaires trop importante.



De préférence, le taux d'étirage imposé varie de 1,5 à 6, encore mieux, de 2 à 4 (le taux d'étirage correspond au rapport du carré du diamètre de la filière sur le carré du diamètre de la fibre optique).

La présente invention a également pour objet une installation en ligne pour la mise en œuvre du procédé précité.

10

Cette installation en ligne présente les caractéristiques suivantes :

- elle est entièrement prévue étanche à l'air extérieur, aux poussières et à l'abri de la lumière, en particulier les rayonnements ultraviolets. Pour ce faire, l'installation, dans son ensemble, est isolé de l'environnement extérieur.

20

- elle comporte :

. des moyens pour purifier le méthacrylate de méthyle et, le cas échéant, des moyens pour purifier au moins un ester (méth)acrylique autre que le méthacrylate de méthyle, ces moyens de purification devant permettre d'éliminer quasi totalement l'inhibiteur de polymérisation et des impuretés, telles que :

25

(a) le biacétyle, en quantité réduite à au plus 1 ppm rapporté à la quantité totale de monomères introduits dans le réacteur de polymérisation,

30

(b) des ions de métaux de transition susceptibles de donner de fortes absorptions de lumière dans le visible,

(c) des poussières ou des particules, les différentes matières premières précitées, utiles à la polymérisation en suspension, ayant été, si nécessaire, filtrées avant polymérisation, avec un seuil de filtration égal à 0,1 micron ;

- au moins un réacteur pour la polymérisation en suspension de méthacrylate de méthyle et, éventuellement, d'au moins un ester (méth)acrylique autre que le méthacrylate de méthyle, dans de l'eau déminéralisée, filtrée et désoxygénée, en présence d'au moins un initiateur de polymérisation radicalaire, d'au moins un agent de transfert de chaîne et d'au moins un agent de suspension, ce réacteur étant équipé de moyens d'agitation du milieu réactionnel, de moyens permettant d'imposer un léger vide partiel et une légère surpression (relativement à la pression atmosphérique) ;

- des moyens de séparation du polymère obtenu sous forme de billes dans le réacteur de polymérisation en suspension aqueuse ;

- éventuellement, des moyens de tri des billes ;

- des moyens de lavage des billes par de l'eau déminéralisée et dépoussiérée ;

- des moyens de séchage des billes dans une atmosphère d'un gaz dépoussiéré ;

- éventuellement, des moyens permettant de supprimer l'électricité statique des billes ;

- des moyens pour stocker les billes ;

- des moyens pour transférer les billes depuis le réacteur de polymérisation en passant par les moyens de lavage, de séchage et de stockage, jusqu'au dispositif de coextrusion ;

5 - un dispositif de coextrusion comprenant :

10 . au moins une extrudeuse : selon le cas, une extrudeuse à vis munie d'une zone de dégazage pour former l'âme de la fibre optique, ou deux extrudeuses successives avec une zone de dégazage prévue entre les deux extrudeuses ;

. et une extrudeuse à vis pour fondre et malaxer le second polymère servant à former la gaine de la fibre optique ;

15 ainsi qu'un dispositif de filage de composite du type âme-dans-gaine ;

- des moyens permettant de refroidir, de façon progressive et contrôlée, la fibre optique sortant de l'installation de coextrusion ;

20 - des moyens d'étirage de la fibre optique afin d'atteindre un diamètre total moyen de fibre allant de 250 à 2000 microns.

Avantageusement, les moyens pour purifier le méthacrylate de méthyle et, le cas échéant, au moins un ester  
25 (méth)acrylique autre que le méthacrylate de méthyle comportent, successivement :

30 - un filtre constitué d'un lit d'alumine basique et activée, de préférence sous une atmosphère d'un gaz inerte et dépoussiéré, pour éliminer au moins partiellement les composés à hydrogène labile, les composés fortement polaires tels que le biacétyle, ainsi que l'inhibiteur de polymérisation ;

- au moins un dispositif de distillation sous vide partiel et sous une atmosphère d'un gaz inerte et dépoussiéré afin d'éliminer la quasi totalité de l'inhibiteur de polymérisation, du biacétyl et des ions de métaux de transition ;

- et un filtre permettant d'éliminer la quasi totalité des particules ou poussières de diamètre moyen supérieur ou égal à 0,1  $\mu\text{m}$ .

10

Un exemple de dispositif de coextrusion convenant à la mise en œuvre du procédé selon l'invention est représenté sur la figure unique jointe à la description.

15 D'une manière générale, ce dispositif comprend au moins une extrudeuse (1) munie d'une zone de dégazage pour les billes du premier polymère servant à former l'âme de la fibre optique, une extrudeuse (2) pour former la gaine de la fibre optique dans le dispositif (3) de filage de composite de type âme-dans-gaine.

20

La fibre optique (4) sortant du dispositif (3) de filage est refroidie de façon progressive et contrôlée de manière à éviter la trempe du premier polymère constitutif de l'âme de la fibre :

25

- premièrement dans une zone de refroidissement (5) ayant la forme d'une canalisation verticale, par de l'air ou un gaz inerte ;

30

- deuxièmement dans une zone de refroidissement (6) à l'aide d'eau thermorégulée par aspersion et/ou pulvérisation et/ou immersion.

35 Parallèlement au refroidissement dans les zones (5) et (6), la fibre optique est soumise à un étirage dans les conditions précitées.

La fibre optique est finalement enroulée et stockée sur le cylindre (7).

- 5 La portée de la présente invention ne saurait être limitée aux variantes de réalisation précitées et englobe toutes les installations permettant de mettre en œuvre le procédé défini dans la revendication 1.

REVENDEICATIONS

1. Procédé discontinu de fabrication d'une fibre optique en matières polymères, cette fibre comprenant une âme et une gaine, l'âme étant formée d'un premier polymère à base de méthacrylate de méthyle et, éventuellement, d'un ester (méth)acrylique différent du méthacrylate de méthyle, la gaine étant formée d'un second polymère ayant un indice de réfraction inférieur à celui de l'âme, ce procédé étant caractérisé en ce que le procédé est mis en œuvre dans une installation en ligne, allant d'un dispositif de purification des matières premières jusqu'à un dispositif de filage, en passant par les différents dispositifs de l'installation en ligne et les différents moyens de transfert reliant les différents dispositifs de l'installation en ligne, cette installation étant prévue étanche à l'air extérieur, aux poussières, ainsi qu'à l'abri de la lumière, en particulier les rayonnements ultraviolets, et en ce que le procédé comprend les étapes suivantes :

(5) on prépare des billes du premier polymère par polymérisation en suspension de méthacrylate de méthyle purifié et, éventuellement, d'au moins un ester (méth)acrylique purifié autre que le méthacrylate de méthyle, dans de l'eau déminéralisée, filtrée et désoxygénée, la polymérisation étant conduite en présence d'au moins un agent initiateur de polymérisation radicalaire, d'au moins un agent de transfert de chaîne et d'au moins un agent de suspension, et en l'absence quasi totale d'inhibiteur de polymérisation et d'impuretés, telles que :

- (a) le biacétyle, en quantité réduite à au plus 1 ppm rapporté à la quantité totale de monomères,

(b) des ions de métaux de transition susceptibles de donner de fortes absorptions de lumière dans le visible,

5 (c) des poussières ou des particules, les différentes matières premières précitées, utiles à la polymérisation en suspension, ayant été filtrées avant polymérisation, avec un seuil de filtration égal à 0,1 micron,

10 la polymérisation étant également conduite sous agitation, sous une atmosphère d'un gaz inerte ;

15 (6) à l'issue de l'étape (1), on sépare et on lave, à l'aide d'eau déminéralisée et dépoussiérée, et on sèche les billes dans une atmosphère d'un gaz dépoussiéré, de préférence inerte, et, sous cette atmosphère, on stocke les billes séchées dans au moins un réservoir intermédiaire ;

20 (7) toujours dans une atmosphère d'un gaz inerte et dépoussiéré, on transfère au moins une partie des billes obtenues à l'issue de l'étape (2), depuis le ou les réservoirs intermédiaires, jusqu'à un dispositif de coextrusion et on coextrude l'âme de la fibre à partir desdites billes, ainsi que  
25 la gaine de la fibre à partir d'un polymère ayant un indice de réfraction inférieur à celui de l'âme ;

(8) on refroidit progressivement la fibre obtenue à la sortie du dispositif de coextrusion de manière  
30 à éviter la trempe du premier polymère destiné à constituer l'âme de la fibre et on procède à l'étirement de la fibre afin d'obtenir une fibre de diamètre total moyen pouvant varier de 250 à 2000 microns.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le premier polymère, servant à former l'âme de la fibre optique, est obtenu par polymérisation en suspension aqueuse d'au moins 70 moles % de méthacrylate de méthyle, ce pourcentage étant rapporté au nombre total de moles de monomères vinyliques.
3. Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que le premier polymère, servant à former l'âme de la fibre optique,, est obtenu par polymérisation en suspension aqueuse d'au moins 90 moles % de méthacrylate de méthyle, ce pourcentage étant rapporté au nombre total de moles de monomères vinyliques.
4. Procédé selon la revendication 1, 2 ou 3, caractérisé en ce que l'ester (méth)acrylique, autre que le méthacrylate de méthyle, utilisé pour préparer le premier polymère, servant à former l'âme de la fibre optique, est choisi dans le groupe constitué par l'acrylate d'éthyle, le méthacrylate d'éthyle, l'acrylate de méthyle, l'acrylate de propyle, le méthacrylate de propyle, l'acrylate de butyle et le méthacrylate de butyle.
5. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que l'on purifie le méthacrylate de méthyle et le ou les esters méthacryliques servant à préparer les billes du premier polymère par polymérisation en suspension aqueuse en les soumettant séparément à :
- une opération de filtration sur lit d'alumine basique et activée, de préférence sous une atmosphère d'un gaz inerte et dépoussiéré, pour éliminer au moins partiellement les composés à hydrogène labile, les composés fortement polaires tels que le biacétyle, ainsi que l'inhibiteur de polymérisation ;



5 - suivie d'au moins deux opérations successives de distillation sous vide partiel et sous une atmosphère d'un gaz inerte et dépoussiéré de sorte qu'à l'issue de ces opérations de distillation, soit éliminée la quasi totalité de l'inhibiteur de polymérisation, du biacétyl et des ions de métaux de transition ;

10 - et, enfin, une opération de filtration sous une atmosphère d'un gaz inerte et dépoussiéré, permettant d'éliminer la quasi totalité des particules ou poussières de diamètre moyen supérieur ou égal à 0,1  $\mu$ m.

15 et en ce que le méthacrylate de méthyle purifié et le ou les esters (méth)acryliques purifiés sont ensuite acheminés directement vers le réacteur de polymérisation, par l'intermédiaire de moyens hermétiquement fermés, tout en les maintenant dans une atmosphère d'un gaz inerte et dépoussiéré.

20 6. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'on purifie l'agent initiateur de polymérisation, soit par distillation, soit par recristallisation, en opérant sous atmosphère d'un gaz inerte et dépoussiéré, et en ce que l'on transfère l'agent initiateur de polymérisation purifié dans le réacteur de polymérisation par l'intermédiaire de moyens étanches à l'air extérieur et aux poussières, tout en maintenant cet agent dans une atmosphère d'un gaz inerte et dépoussiéré.

30

7. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'on purifie l'agent de transfert de chaîne par distillation, en opérant sous atmosphère d'un gaz inerte et dépoussiéré, et en ce que l'on transfère l'agent de transfert de chaîne distillé dans le réacteur de polymérisation par l'intermédiaire de

35

moyens étanches à l'air extérieur et aux poussières, tout en maintenant cet agent dans une atmosphère d'un gaz inerte et dépoussiéré.

- 5 8. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'on purifie l'agent de suspension par recristallisation, en opérant sous atmosphère d'un gaz inerte et dépoussiéré, et en ce que l'on transfère l'agent de suspension recristallisé dans le réacteur
- 10 de polymérisation par l'intermédiaire de moyens étanches à l'air extérieur et aux poussières, tout en maintenant cet agent dans une atmosphère d'un gaz inerte et dépoussiéré.
- 15 9. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que l'on effectue la réaction de polymérisation en suspension sous une pression sensiblement égale à la pression atmosphérique ou légèrement supérieure.
- 20 10. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que, parmi les billes séchées du premier polymère, obtenues à l'issue de l'étape (2), on élimine celles dont le diamètre moyen
- 25 est inférieur à 200 microns.
11. Procédé selon la revendication 10, caractérisé en ce que, pour préparer l'âme de la fibre optique, on ne conserve que les billes séchées du premier polymère
- 30 dont le diamètre moyen varie de 500 microns à 2 mm.
12. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que la polymérisation en suspension est conduite afin de préparer un premier
- 35 polymère, sous la forme de billes, dont la masse moléculaire moyenne en poids ( $M_w$ ) varie de 100.000 à 200.000 avec une polydispersité (P) de l'ordre de 2.
-

13. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que le taux de monomères résiduels n'ayant pas réagi à l'issue de la réaction de polymérisation en suspension est inférieur à 2 moles % rapporté au total des monomères utiles à la mise en œuvre de cette polymérisation.
14. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que l'on effectue les opérations de séparation, de lavage, de séchage, de stockage, et de transfert des billes du premier polymère servant à préparer l'âme de la fibre optique, sous une atmosphère d'un gaz inerte et dépoussiéré.
15. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que l'on extrude les billes du premier polymère, servant à préparer l'âme de la fibre optique, à une température maximale de 280° C.
16. Installation en ligne pour la mise en œuvre du procédé selon la revendication 1, caractérisée en ce qu'elle est entièrement prévue étanche à l'air extérieur, aux poussières et à l'abri de la lumière, et en ce qu'elle comporte :
- des moyens pour purifier le méthacrylate de méthyle et, le cas échéant, des moyens pour purifier au moins un ester (méth)acrylique autre que le méthacrylate de méthyle, ces moyens de purification devant permettre d'éliminer quasi totalement l'inhibiteur de polymérisation et des impuretés, telles que :
- (a) le biacétyle, en quantité réduite à au plus 1 ppm rapporté à la quantité totale de monomères introduits dans le réacteur de polymérisation,

(b) des ions de métaux de transition susceptibles de donner de fortes absorptions de lumière dans le visible,

5 (c) des poussières ou de particules, les différentes matières premières précitées, utiles à la polymérisation en suspension, ayant été, si nécessaire, filtrées avant polymérisation, avec un seuil de filtration égal à 0,1 micron ;

10 - au moins un réacteur pour la polymérisation en suspension de méthacrylate de méthyle et, éventuellement, d'au moins un ester (méth)acrylique autre que le méthacrylate de méthyle, dans de l'eau déminéralisée, filtrée et  
15 désoxygénée, en présence d'au moins un initiateur de polymérisation radicalaire, d'au moins un agent de transfert de chaîne et d'au moins un agent de suspension, ce réacteur étant équipé de moyens d'agitation du milieu réactionnel, de moyens  
20 permettant d'imposer un léger vide partiel et une légère surpression (relativement à la pression atmosphérique) ;

- des moyens de séparation du polymère obtenu sous  
25 forme de billes dans le réacteur de polymérisation en suspension aqueuse ;

- des moyens de lavage des billes par de l'eau déminéralisée et dépoussiérée ;

- éventuellement, des moyens de tri des billes ;

- des moyens de séchage des billes ;

30 - éventuellement, des moyens pour effectuer un traitement anti électricité statique des billes ;

- des moyens pour stocker les billes ;

---

- des moyens pour transférer les billes depuis le réacteur de polymérisation en passant par les moyens de séchage, jusqu'à l'installation de coextrusion ;
  - 5       - une installation de coextrusion comprenant au moins deux extrudeuses :
    - . une ou deux extrudeuses à vis avec une zone de dégazage pour la formation de l'âme de la fibre optique ;
    - 10       . et une seconde extrudeuse à vis pour fondre et malaxer le second polymère servant à former la gaine de la fibre optique ;
  - ainsi qu'un dispositif de filage de composite du type âme-dans-gaine ;
  - 15       - des moyens permettant de refroidir, de façon progressive et contrôlée, la fibre optique sortant de l'installation de coextrusion;
  - des moyens d'étirage de la fibre optique afin d'atteindre un diamètre total moyen de fibre allant de 250 à 2000 microns.
  - 20       17. Installation en ligne selon la revendication 16, caractérisée en ce que les moyens pour purifier le méthacrylate de méthyle et, le cas échéant, au moins un ester (méth)acrylique autre que le méthacrylate de méthyle comportent, successivement :
    - 25       - un filtre constitué d'un lit d'alumine basique et activée, de préférence sous une atmosphère d'un gaz inerte et dépoussiéré, pour éliminer au moins
    - 30       partiellement les composés à hydrogène labile, les composés fortement polaires tels que le biacétyle, ainsi que l'inhibiteur de polymérisation ;
-

- au moins un dispositif de distillation sous vide partiel et sous une atmosphère d'un gaz inerte et dépoussiéré afin d'éliminer la quasi totalité de l'inhibiteur de polymérisation, du biacétyl et des ions de métaux de transition ;

5

- et un filtre permettant d'éliminer la quasi totalité des particules ou poussières de diamètre moyen supérieur ou égal à 0,1  $\mu\text{m}$ .

10

---

valable pour l'ensemble de la description de la présente invention.

Une troisième caractéristique importante du procédé selon  
5 l'invention réside dans le fait que l'on utilise une polymérisation en suspension aqueuse pour préparer les billes du premier polymère servant à préparer l'âme de la fibre optique. Pour ce faire, on utilise de l'eau qui est à la fois déminéralisée, filtrée et désoxygénée, afin  
10 d'atteindre les degrés de pureté (a), (b) et (c) susmentionnés dans la définition générale du procédé selon l'invention.

De façon surprenante, on a trouvé qu'il est possible de  
15 fabriquer une fibre optique ayant d'excellentes caractéristiques de transmission optique si l'on respecte l'ensemble des conditions opératoires énoncées dans la revendication 1 et rappelées ci-dessus.

20 De préférence, on purifie également au moins l'un des agents utiles à la réalisation de la réaction de polymérisation en suspension aqueuse, de préférence encore tous les agents utilisés, comme suit :

25 - on purifie l'agent initiateur de polymérisation soit par distillation, soit par recristallisation, en opérant sous atmosphère d'un gaz inerte et dépoussiéré, et on transfère l'agent initiateur de polymérisation purifié dans le réacteur de  
30 polymérisation par l'intermédiaire de moyens étanches à l'air extérieur et aux poussières, tout en maintenant cet agent dans une atmosphère d'un gaz inerte et dépoussiéré ;

35 - on purifie l'agent de transfert de chaîne par distillation, en opérant sous atmosphère d'un gaz inerte et dépoussiéré, et on transfère l'agent de transfert de chaîne distillé dans le réacteur de polymérisation par l'intermédiaire de moyens étanches

La fibre optique est finalement enroulée et stockée sur le cylindre (7).

- 5 La portée de la présente invention ne saurait être limitée aux variantes de réalisation précitées et englobe toutes les installations permettant de mettre en œuvre le procédé selon l'invention.



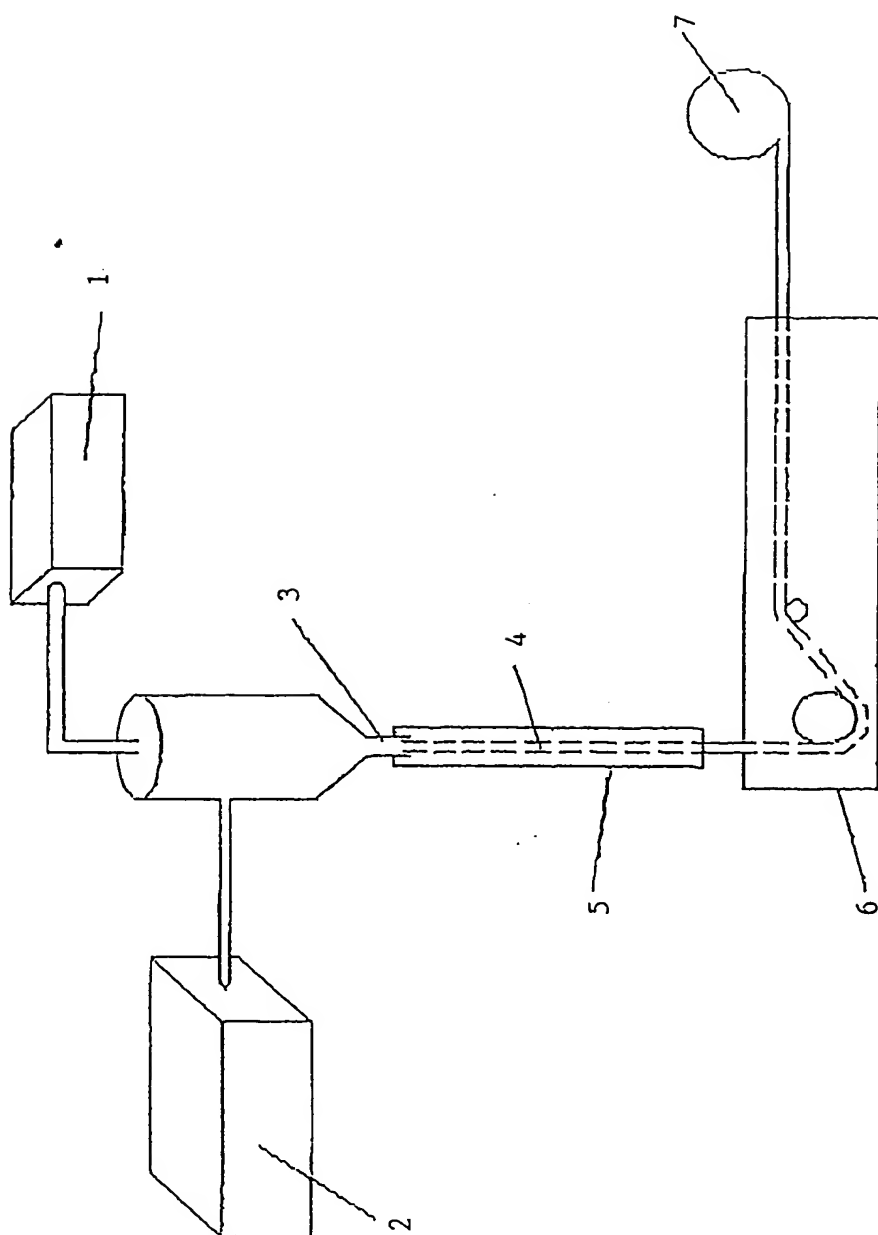


FIGURE UNIQUE

THIS PAGE BLANK (USPTO)